

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-071648

(43)Date of publication of application : 16.03.1999

(51)Int.Cl. C22C 38/00
C21D 6/00
C22C 33/02
C22C 38/10

(21)Application number : 09-235288 (71)Applicant : ALPS ELECTRIC CO LTD
INOUE AKIHISA

(22)Date of filing : 29.08.1997 (72)Inventor : MIZUSHIMA TAKAO
KOSHIBA HISATO
MAKINO TERUHIRO
INOUE AKIHISA

(54) SOFT MAGNETIC METALLIC GLASS ALLOY SINTERED BODY AND ITS PRODUCTION**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a bulky soft magnetic metallic glass alloy sintered body excellent in magnetic properties and applicable to magnetic heads, the cores of transformers or motors or the like and to provide a method for producing the same.

SOLUTION: This alloy contains a base metal composed of one or \geq two kinds among Fe, Co and Ni and the powder of a soft magnetic metal glass alloy contg. additional metal composed of one or \geq two kinds among Zr, Nb, Ta, Hf, Mo, Ti and V, and B. It has the temp. interval δT_x in the supercoolant liq. region expressed by the equation of $\delta T_x = T_x - T_g$ (T_x denotes the crystallization starting temp. and T_g denotes the glass transition temp.) regulated to $\geq 20^\circ$ K. Such an alloy is heated to the crystallization starting temp. T_x or below, and sintered to obtain the objective sintered body.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision
of rejection][Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-71648

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月16日

(51) Int.Cl.⁹

識別記号

F I

C 2 2 C 38/00

3 0 3

C 2 2 C 38/00

3 0 3 S

C 2 1 D 6/00

C 2 1 D 6/00

C

C 2 2 C 33/02

C 2 2 C 33/02

L

38/10

38/10

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平9-235288

(22) 出願日

平成9年(1997) 8月29日

(71) 出願人 000010098

アルプス電気株式会社

東京都大田区雪谷大塚町1番7号

(71) 出願人 591112625

井上 明久

宮城県仙台市青葉区川内元支倉35番地 川内住宅11-806

(72) 発明者 水嶋 隆夫

東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会社内

(74) 代理人 弁理士 志賀 正武 (外12名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 軟磁性金属ガラス合金焼結体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 磁気ヘッドやトランスまたはモータのコアなどに適用できるバルク状で磁気特性に優れた軟磁性金属ガラス合金焼結体及びその製造方法を得る。

【解決手段】 Fe、Co、Niのうちの1種又は2種以上からなる基金属と、Zr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種又は2種以上からなる付加金属と、Bとを含み、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度) の式で表される過冷却液体領域の温度間隔 ΔT_x が20K以上である軟磁性金属ガラス合金の粉末を、前記の結晶化開始温度 T_x 以下の温度に加熱して焼結する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 Fe 、 Co 、 Ni のうちの 1 種又は 2 種以上からなる基金属と、 Zr 、 Nb 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Ti 、 V のうちの 1 種又は 2 種以上からなる付加金属と、 B とを含み、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す) の式で表される過冷却液体領域の温度間隔 ΔT_x が 20K 以上である軟磁性金属ガラス合金の粉末が焼結されてなることを特徴とする軟磁性金属ガラス合金焼結体。

【請求項 2】 前記の軟磁性金属ガラス合金が、下記の組成式で表されかつ ΔT_x が 60K 以上であることを特徴とする請求項 1 に記載の軟磁性金属ガラス合金焼結体。

$(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y-z}\text{M}_x\text{B}_y\text{T}_z$
但し、 M は、 Zr 、 Nb 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Ti 、 V のうちの 1 種又は 2 種以上からなる付加金属、 T は Cr 、 W 、 Ru 、 Rh 、 Pd 、 Os 、 Ir 、 Pt 、 Al 、 Si 、 Ge 、 C 、 P のうちの 1 種又は 2 種以上からなる付加元素であり、かつ $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、 $5\text{原子}\% \leq x \leq 20\text{原子}\%$ 、 $10\text{原子}\% \leq y \leq 22\text{原子}\%$ 、 $0\text{原子}\% \leq z \leq 5\text{原子}\%$ である。

【請求項 3】 前記請求項 1 又は請求項 2 に記載の軟磁性金属ガラス合金の粉末を、放電プラズマ焼結法により、前記の結晶化開始温度 T_x 以下の温度に加熱して焼結することを特徴とする軟磁性金属ガラス合金焼結体の製造方法。

【請求項 4】 前記請求項 3 の製造方法で得られた軟磁性金属ガラス合金焼結体を温度 $427^\circ\text{C} \sim 627^\circ\text{C}$ の範囲内に加熱し、次いで冷却する熱処理を施すことを特徴とする軟磁性金属ガラス合金焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は磁気ヘッドやトランスまたはモータのコアなどに適用できるバルク状で磁気特性に優れた軟磁性金属ガラス合金焼結体及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 軟磁性合金材料で従来この種の用途に使用されているものとして、例えば Fe-Si 、 Fe-Si-Al 合金 (センダスト)、 Ni-Fe 合金 (パーマロイ)、 Fe 基及び Co 基の非晶質材料等が挙げられる。ところで、DC モータのコアなどに軟磁性合金材料を適用するには、高密度のバルク形状とすることが有利であるが、従来、上記の非晶質合金材料は、熔融金属を急冷することによって作製されており、得られる形状は、薄帯、線材、粉末、薄膜に限定されていた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 そこで、急冷薄帯を粉碎して得られた原料粉末を焼結してバルク状に固化成形する方法が開発されているが、従来の非晶質合金材料で

は、焼結の際に原料粉末が結晶化しないように比較的低温で焼結しなければならないため、高密度・高強度の焼結体が得られないという問題があった。本発明は前記の背景に鑑み、室温で良好な軟磁気特性を有し、高い成形密度を有する軟磁性金属ガラス合金焼結体を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】 前記課題を解決するために本発明は、 Fe 、 Co 、 Ni のうちの 1 種又は 2 種以上からなる基金属と、 Zr 、 Nb 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Ti 、 V のうちの 1 種又は 2 種以上からなる付加金属と、 B とを含み、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す) の式で表される過冷却液体領域の温度間隔 ΔT_x が 20K 以上である軟磁性金属ガラス合金の粉末が焼結されてなる軟磁性金属ガラス合金焼結体を提供する。前記において、過冷却液体領域の温度間隔 ΔT_x は、 40K 以上であることが好ましく、 60K 以上であると更に好ましい。特に、前記の軟磁性金属ガラス合金は、下記の組成式で表され、かつ ΔT_x が 60K 以上のものであることが好ましい。

$(\text{Fe}_{1-a-b}\text{Co}_a\text{Ni}_b)_{100-x-y-z}\text{M}_x\text{B}_y\text{T}_z$
但し、 M は、 Zr 、 Nb 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Ti 、 V のうちの 1 種又は 2 種以上からなる付加金属、 T は Cr 、 W 、 Ru 、 Rh 、 Pd 、 Os 、 Ir 、 Pt 、 Al 、 Si 、 Ge 、 C 、 P のうちの 1 種又は 2 種以上からなる付加元素であり、かつ $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、 $5\text{原子}\% \leq x \leq 20\text{原子}\%$ 、 $10\text{原子}\% \leq y \leq 22\text{原子}\%$ 、 $0\text{原子}\% \leq z \leq 5\text{原子}\%$ である。本発明はまた、前記の軟磁性金属ガラス合金の粉末を、放電プラズマ焼結法により、前記の結晶化開始温度 T_x 以下の温度に加熱して焼結する軟磁性金属ガラス合金焼結体の製造方法を提供する。加熱に際しての昇温速度は $40^\circ\text{C}/\text{分}$ 以上とすることが好ましい。ここに得られた軟磁性金属ガラス合金焼結体は、更に温度 $427^\circ\text{C} \sim 627^\circ\text{C}$ の範囲内に加熱し、次いで冷却する熱処理を施すことが好ましい。

【0005】

【発明の実施の形態】 以下、図面を参照して本発明の実施例について説明する。図 1 は本発明に係る軟磁性金属ガラス焼結体 (以下「本焼結体」と記す) を製造するに好適な放電プラズマ焼結装置の一例の要部を示すもので、この例の放電プラズマ焼結装置は、筒型のダイ 1 と、このダイ 1 の内部に挿入される上パンチ 2 および下パンチ 3 と、下パンチ 3 を支え、後述するパルス電流を流す際の一方の電極ともなるパンチ電極 4 と、上パンチ 2 を下側に押圧し、パルス電流を流す他方の電極となるパンチ電極 5 と、上下のパンチ 2、3 に挟まれた原料粉末 6 の温度を測定する熱電対 7 を主体として構成されている。

【0006】図3に、前記放電プラズマ焼結装置の全体構造を示す。図3に示す放電プラズマ焼結装置Aは、住友炭鉱株式会社製のモデルSPS-2050と称される放電プラズマ焼結機の一つであり、図1に示す構造を要部とするものである。図3に示す装置においては、上部基盤11と下部基盤12を有し、上部の基盤11に接してチャンバ13が設けられ、このチャンバ13の内部に図1に示す構造の大部分が収納されて構成され、このチャンバ13は図示略の真空排気装置および雰囲気ガスの供給装置に接続されていて、上下のパンチ2、3の間に充填される原料粉末6を不活性ガス雰囲気などの所望の雰囲気下に保持できるように構成されている。なお、図1と図3では通電装置が省略されているが、上下のパンチ2、3およびパンチ電極4、5には別途設けた通電装置が接続されていてこの通電装置から図2に示すようなパルス電流をパンチ2、3およびパンチ電極4、5を介して通電できるように構成されている。

【0007】前記構成の放電プラズマ焼結装置を用いて本焼結体を製造するには、先ず成型用の原料粉末を調製する。この原料粉末は、後述する所定組成の金属ガラス合金組成物を溶融し、次いで鋳造法、単ロールもしくは双ロールによる急冷法、液中紡糸法、溶液抽出法、又は高圧ガス噴霧法等によって、バルク状、リボン状、線状体、粉末等の種々の形状の金属ガラス合金を製造し、粉末状以外のものは粉碎して粉末化することにより得られる。得られた粉末体を、例えば前記図1の原料粉末6と

$$(Fe_{1-a-b}Co_aNi_b)_{100-x-y-z}M_xB_yT_z \quad \cdots \text{式1}$$

(式中、Mは前記の付加金属、Tは前記の付加元素である)において $0 \leq a \leq 0.29$ 、 $0 \leq b \leq 0.43$ 、5原子% $\leq x \leq 20$ 原子%、10原子% $\leq y \leq 22$ 原子%、0原子% $\leq z \leq 5$ 原子%とされる。

【0011】本焼結体として用いることができる好ましい軟磁性金属ガラス合金組成物の具体例としては、例えば

Fe₆₀Co₃Ni₇Zr₁₀B₂₀、
Fe₅₆Co₇Ni₇Zr₁₀B₂₀、
Fe₄₉Co₁₄Ni₇Zr₁₀B₂₀、
Fe₄₆Co₁₇Ni₇Zr₁₀B₂₀、
Fe₆₄Co₃Ni₃Zr₁₀B₂₀、
Fe₅₆Co₇Ni₇Zr₈Nb₂B₂₀、
Fe₅₆Co₇Ni₇Zr_{10-x}Nb_xB₂₀ (x=4, 6, 8, 10原子%)

等を挙げることができる。

【0012】前記の金属ガラス合金組成物は、何れの組成のものであっても、

$$\Delta T_x = T_x - T_g \quad \cdots \text{式2}$$

(ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す)で表される過冷却液体領域の温度間隔 ΔT_x が20K以上であることが必要であり、好ましくは40K以上、更に好ましくは60K以上である。

してダイ1の上パンチ2と下パンチ3の間に挿填し、加圧下にパルス電流を印加し、好ましくは40℃/分以上の昇温速度で、この金属ガラス合金の結晶化開始温度 T_x 以下の温度まで加熱して焼結することによって本焼結体を製造することができる。

【0008】本発明において用いる軟磁性金属ガラス合金は、ガラス遷移温度 T_g と結晶化開始温度 T_x との間の温度間隔 ΔT_x が20K以上、組成によっては40K以上、更には60K以上と広いので、結晶化開始温度 T_x 以下の温度で焼結すれば結晶化することなく、非晶質状態を保ちながら厚みのある均質なバルク状の焼結体を得ることができる。

【0009】本発明で用いられる軟磁性金属ガラス合金の組成は、基本的に下記3群の元素を必須成分として含んでいる。

①基金属…Fe、Co、Niのうちの1種又は2種以上、

②付加金属(M)…Zr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種又は2種以上、及び

③ホウ素…B。

更に、任意的に下記群の元素を含むことができる。

④付加元素(T)…Cr、W、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Al、Si、Ge、C、Pのうちの1種又は2種以上。

【0010】これらの元素の配合割合は、好ましくは、下記の式1

【0013】前記の金属ガラス合金組成物において、①の基金属であるFe、Co、Niは磁性を担う元素であり、高い飽和磁束密度と優れた軟磁気特性を得るために重要である。具体的には、50K~60Kの ΔT_x を確実に得るためには、Coの組成比を示すaの値を $0 \leq a \leq 0.29$ 、Niの組成比を示すbの値を $0 \leq b \leq 0.43$ の範囲、60K以上の ΔT_x を確実に得るためには、Coの組成比を示すaの値を $0.042 \leq a \leq 0.29$ 、Niの組成比を示すbの値を $0.042 \leq b \leq 0.43$ の範囲とすることが好ましい。

【0014】更に前記の範囲内において、良好な軟磁気特性を得るためには、Coの組成比を示すaの値を $0.042 \leq a \leq 0.25$ の範囲とすることが好ましく、高い飽和磁束密度を得るためには、Niの組成比を示すbの値を $0.042 \leq b \leq 0.1$ の範囲とすることがより好ましい。

【0015】前記②の付加金属Mは、Zr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種又は2種以上からなる。これらは非晶質を生成させるために有効な元素であり、5原子%~20原子%の範囲内とすることが好ましい。更に高い磁気特性を得るためには、より好ましくは5原子%~15原子%の範囲内にするとよい。これら付加金属Mのうち、特にZrとHfが非晶質化にとつ

て有効である。

【0016】前記において、Zr又はHfはその一部をNbなど、Zr又はHf以外の付加金属(M')と置換してもよい。置換する場合の組成比は、式1におけるMを式3

$$(M'_{1-c}M'^c) \quad \dots \text{式3}$$

(M'はZr及び／又はHf、M'はNb、Ta、Mo、Ti、Vのうちの1種または2種以上からなる)に代替するとき、 $0 \leq c \leq 0.6$ であることが広い ΔT_x を得るために好ましく、 $0.2 \leq c \leq 0.4$ の範囲内であると、 ΔT_x を80K以上とすることも可能となるので更に好ましい。

【0017】Bは、高い非晶質形成能があり、本発明では10原子%～22原子%の範囲内で添加する。この範囲を外れると、Bが10原子%未満であると、 ΔT_x が消滅するために好ましくなく、22原子%よりも大きくなると非晶質が形成できなくなるために好ましくない。より高い非晶質形成能と良好な磁気特性を得るためには、Bは16原子%～20原子%の範囲内とすることがより好ましい。

【0018】前記の組成系に更に、④の付加元素Tで示されるCr、W、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Al、Si、Ge、C、Pのうちの1種又は2種以上の元素を添加することもできる。これらの元素は、5原子%以下の範囲内で添加することができる。これらの元素は主に耐食性を向上させる目的で添加するもので、この範囲を越えると、軟磁気特性が低下すると共に非晶質形成能が劣化するために好ましくない。

【0019】前記組成系の軟磁性金属ガラス合金材を製造するには、例えば、各成分の元素単体粉末を用意し、前記組成範囲になるようにこれらの元素単体粉末を混合し、次いでこの混合粉末をArガス等の不活性ガス雰囲気中、るつぼ等の溶解装置で溶解して合金溶湯を得、次にこの合金溶湯を単ロール法等を用いて冷却・固化させる。単ロール法とは、回転している金属ロールに溶湯を吹き付けて急冷し、薄帯状の金属ガラスを得る方法である。この際の好適な冷却速度は、合金の組成、製造法、製品のサイズ、形状等によって変化するが、通常は103～106K/秒程度の範囲を目安とするとよい。実際には、ガラス相(glassy phase)中に結晶相が析出するかどうかを確認して決定することが好ましい。

【0020】前記の組成の金属ガラス合金は、室温において軟磁性を示し、また熱処理により更に良好な磁性を示すようになり、また $1.5 \mu\Omega\text{m}$ 以上の高い比抵抗値を有している。

【0021】次に、得られた原料粉末の焼結法について詳しく説明する。図1あるいは図3に示す放電プラズマ焼結装置の上下のパンチ2、3の間に原料粉末を挿填し、チャンバ13の内部を真空引き又は不活性ガス置換すると共に、パンチ2、3で上下から圧力を加え、例え

ば図2に示すようなパルス電流を原料粉末に印加して加熱し成形する。

【0022】この放電プラズマ焼結処理によれば、原料粉末の全ての部分を所定の速度で均一に昇温することができ、また、通電電流の値に応じて原料粉末の温度を厳密に管理できるので、ヒータによる加熱などよりも遥かに正確に温度管理ができ、外側と内部とで焼結の程度にムラがない、高密度の焼結体を得られる。

【0023】本発明において、焼結温度は、原料粉末を固化成形するために300℃以上とすることが必要であるが、原料粉末として用いられる金属ガラス合金は、大きな過冷却液体の温度間隔 ΔT_x を有しているので、この温度領域で加圧焼結することによって、好適に高密度・高強度の焼結体を得ることができる。ただし、焼結温度が結晶化開始温度 T_x に近いと、結晶核の生成開始(構造的短範囲秩序化)や結晶析出開始による磁気異方性を生じるので軟磁気特性が劣化する恐れがある。また、放電プラズマ焼結装置の機構上、モニターされる焼結温度は金型に設置されている熱電対の温度であるため、粉末試料にかかる温度よりも若干低い温度である。従って、本発明における焼結温度は、結晶化開始温度 T_x を越えないように設定すべきである。

【0024】本発明において、焼結を行う際の昇温速度は、緩慢な昇温速度では結晶相が生成する可能性があるため、40℃/分以上とすることが好ましい。また焼結の際の圧力については、加圧力が低すぎると焼結体が形成できないため、3t/cm²以上とすることが好ましい。

【0025】得られた焼結体は、再度熱処理を施した後に冷却することにより透磁率を更に向上させることができる。このときの熱処理温度はキュリー温度以上であり、かつ磁気特性を劣化させる結晶の析出温度以下とされ、具体的には427℃(700K)～627℃(900K)の範囲内が好ましく、より好ましくは477℃～527℃の範囲内である。加熱後の冷却に際しては、徐冷すると結晶相が析出して非晶質が維持できなくなる可能性があるため、熱処理後の冷却速度は、炉冷か水焼き入れによりできるだけ速くすることが好ましい。

【0026】得られた本焼結体は、原料粉末として用いられた前記金属ガラス合金と同じ組成を有するものであるから、室温で優れた軟磁気特性を有し、また再度の熱処理により更に透磁率が向上する。このため、優れたSoft magnetic特性(軟磁気特性)を有する材料として、この焼結体を磁気ヘッドのコア、あるいはトランスのコア、更にはパルスモータの磁心等のような磁気部品等に広く適用することができ、従来材に比べて優れた特性の磁気部品を製造することができる。

【0027】なお上記説明では、本焼結体を放電プラズマ焼結法により成形する方法のみを示したが、焼結体の成形方法はこれに限定されるものではなく、他の公知の

方法、例えば、押し出し加圧焼結法等も採用することができる。

【0028】

【実施例】

(軟磁性金属ガラス合金の製造) FeとCoとNiとZrの単体純金属と純ボロン結晶をArガス雰囲気において混合しアーク溶解して母合金を製造した。次に、この母合金をルツボで溶解し、アルゴンガス雰囲気において40m/秒で回転している銅ロールにルツボ下端の0.4mm径のノズルから射出圧力 $0.39 \times 10^5 \text{ Pa}$ で吹き出して急冷する単ロール法を実施することにより、幅0.4~1mm、厚さ13~22 μm の金属ガラス合金薄帯の試料を製造した。

【0029】(軟磁性金属ガラス合金の特性) 得られた試料について、示差走査熱量測定(DSC)により過冷却液体領域の温度間隔 ΔT_x を求め、また磁気特性とし

組成	Bs	Hc	μ_e
Fe ₆₄ Co ₃ Ni ₃ Zr ₁₀ B ₂₀	0.91	3.4	4666
Fe ₆₀ Co ₃ Ni ₇ Zr ₁₀ B ₂₀	0.92	2.7	4173
Fe ₅₆ Co ₇ Ni ₇ Zr ₁₀ B ₂₀	0.95	6.1	5100
Fe ₄₉ Co ₁₄ Ni ₇ Zr ₁₀ B ₂₀	0.94	9.9	4000
Fe ₄₆ Co ₁₇ Ni ₇ Zr ₁₀ B ₂₀	0.96	10.8	3800

【0032】(本焼結体の製造) 前記金属ガラス合金薄帯の試料を粉碎して得られた約2gの原料粉末をWC製のダイスの内部にハンドプレスを用いて充填した後、図1に示すダイ1の内部に挿填し、チャンバの内部を、 $3 \times 10^{-5} \text{ torr}$ の雰囲気中で上下のパンチ2、3で加圧するとともに、通電装置から原料粉末にパルス波を通電して加熱した。パルス波形は図2に示すように12パルス流した後で2パルス休止するものとし、最高4700~4800Aの電流で原料粉末を加熱した。焼結は、試料に 6.5 t/cm^2 の圧力をかけた状態で室温から焼結温度まで試料を加熱し、約5分間保持して行った。昇温速度は100°C/分とした。

【0033】図5は、組成Fe₅₆Co₇Ni₇Zr₈Nb₂B₂₀の原料粉末を焼結温度480°C、500°C、530°C、560°Cでそれぞれ放電プラズマ焼結したとき、及び急冷薄帯のままの状態における試料のX線回折チャートを示す。チャートはいずれもハローなパターンを示しており、非晶質単相組織を形成していることがわかる。

【0034】図6は、組成Fe₅₆Co₇Ni₇Zr₈Nb₂B₂₀の原料粉末を放電プラズマ焼結法を用いて焼結した際の焼結温度と、得られた焼結体の密度(●で示す)、及び焼結後に523°C×3分の熱処理を施したバルク材の密度(○で示す)、並びに熱処理を施したバルク材の密度、透磁率(μ_e)、保磁力(Hc)、及び飽和磁束密度(Bs)の関係を示している。この図に示されるように、焼結温度の上昇に伴って焼結体の密度は増大し、500°C以上の焼結温度で焼結することによって、相対密度90%以上の高密度の焼結体を得られている。な

て、単ロール法で急冷した状態における飽和磁束密度(Bs)と保磁力(Hc)と1kHzの透磁率(μ_e)とを測定した。

【0030】図4は、Fe₆₀Co₃Ni₇Zr₁₀B₂₀、Fe₅₆Co₇Ni₇Zr₁₀B₂₀、Fe₄₉Co₁₄Ni₇Zr₁₀B₂₀、Fe₄₆Co₁₇Ni₇Zr₁₀B₂₀の組成を有する金属ガラス合金薄帯試料のDSC曲線を示す。いずれの試料も、ガラス遷移温度 T_g と結晶化開始温度 T_x との間に60Kを超える広い過冷却液体領域 ΔT_x が存在することがわかる。

【0031】金属ガラス合金の組成と、それぞれの飽和磁束密度(Bs)、保磁力(Hc)及び1kHzの透磁率(μ_e)の測定結果を下に示す。この結果から、これらの金属ガラス合金が優れた軟磁性特性を有していることがわかる。

お、焼結時の圧力を高くすれば、より低い温度でも高密度の成形体を得ることが可能である。また磁気特性については、焼結温度530°C付近までは、保磁力(Hc)はほぼ一定であり、透磁率(μ_e)および飽和磁束密度(Bs)は焼結温度の上昇に伴って向上し、特に焼結温度530°Cで優れた軟磁気特性が得られている。ところが焼結温度が560°Cになると、逆に飽和磁束密度の低下、保磁力の増大、透磁率の低下が生じ、軟磁気特性が大きく劣化した。

【0035】これらの結果より、本実施例では、焼結温度を530°C以下の温度範囲、すなわち結晶化開始温度 T_x 以下とすることによって、高密度であると共に非晶質単相組織を有し、熱処理後において良好な軟磁気特性を示す焼結体を得られたことがわかる。

【0036】

【発明の効果】以上説明したように本発明の軟磁性金属ガラス合金焼結体は、Fe、Co、Niのうちの1種又は2種以上からなる基金属と、Zr、Nb、Ta、Hf、Mo、Ti、Vのうちの1種又は2種以上からなる付加金属と、Bとを含み、 ΔT_x が20K以上である軟磁性金属ガラス合金の粉末が焼結されてなるものである。高い成形密度を有すると共に、優れた軟磁気特性を有している。また本発明の軟磁性金属ガラス合金焼結体の製造方法は、前記の軟磁性金属ガラス合金の粉末を、放電プラズマ焼結法により前記の結晶化開始温度 T_x 以下の温度に加熱して焼結するものである。非晶質単相組織を維持しながら高い成形密度と優れた軟磁性特性とを有する焼結体を得られる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明方法を実施するために用いる放電プラズマ焼結装置の一例の要部構造を示す断面図である。

【図 2】 図 1 に示す放電プラズマ焼結装置で原料粉末に印加するパルス電流波形の一例を示す図である。

【図 3】 放電プラズマ焼結装置一例の全体構成を示す正面図である。

【図 4】 実施例における原料粉末の DSC 曲線を示す図である。

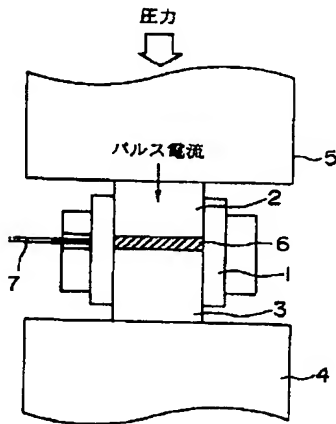
【図 5】 実施例における焼結体の X 線回折チャートである。

【図 6】 実施例における焼結体を製造する際の焼結温度と、得られた焼結体の密度及び磁気特性との関係を示すグラフである。

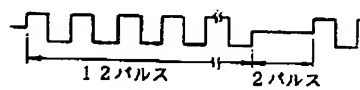
【符号の説明】

- A …放電プラズマ焼結装置
 1 …ダイ
 2 …上パンチ
 3 …下パンチ
 6 …原料粉末
 4、5 …パンチ電極
 7 …熱電対
 11 …上部基盤
 12 …下部基盤
 13 …チャンバ

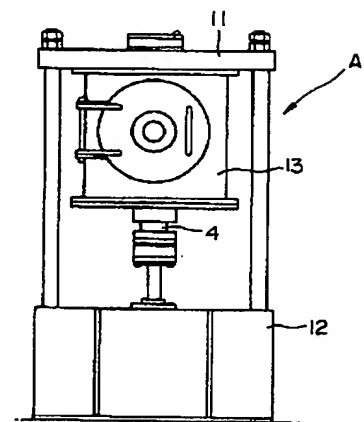
【図 1】



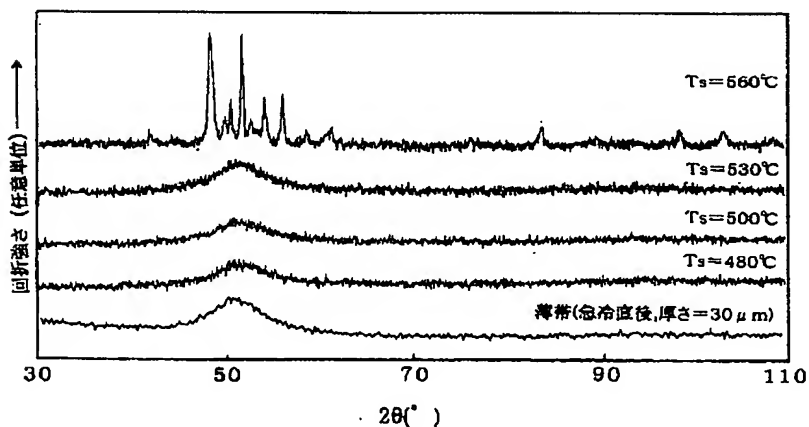
【図 2】



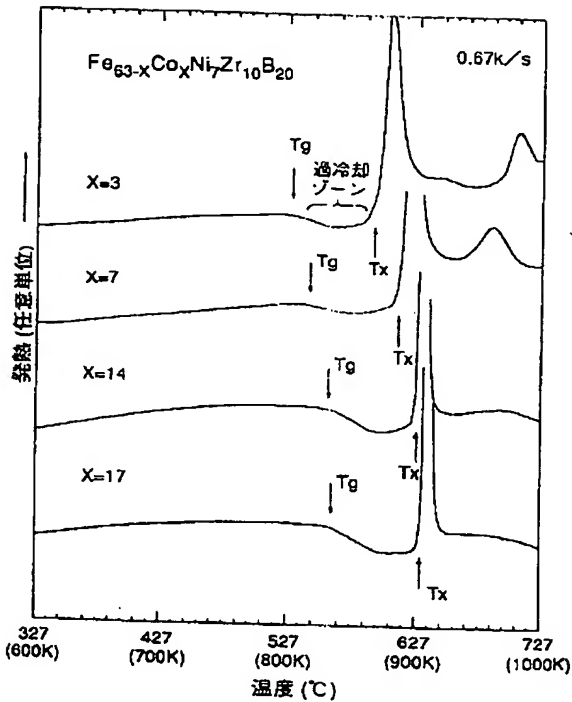
【図 3】



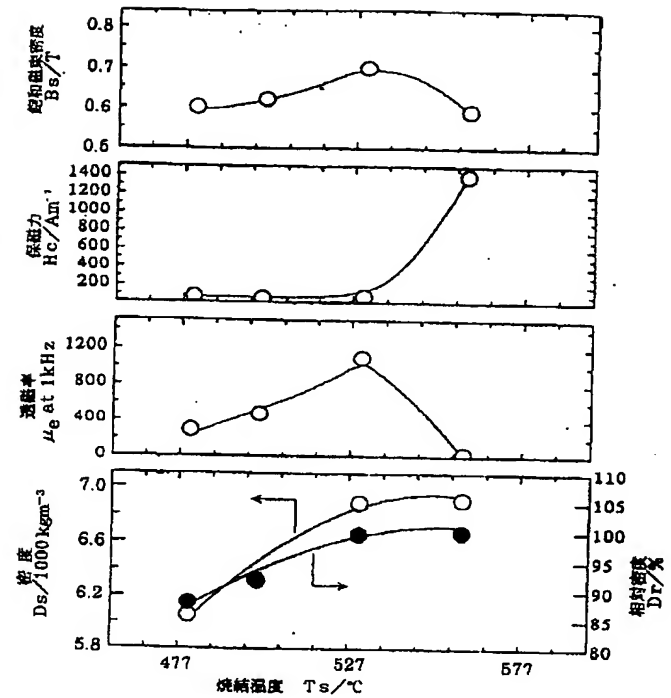
【図 5】



【図 4】



【図 6】



フロントページの続き

(72) 発明者 小柴 寿人
東京都大田区雪谷大塚町 1 番 7 号 アルプ
ス電気株式会社内

(72) 発明者 牧野 彰宏
東京都大田区雪谷大塚町 1 番 7 号 アルプ
ス電気株式会社内
(72) 発明者 井上 明久
宮城県仙台市青葉区川内元支倉 35 番地 川
内住宅 11-806